

TI Sheet-shaped sensing material for detecting the leakage of electric current

IN Okamoto, Kashio; Doi, Hiroshi; Nakajima, Katsukazu; Kimura, Takeshi

PA Nippon Oils and Fats Co., Ltd., Japan

SO Jpn. Kokai Tokkyo Koho, 12 pp.

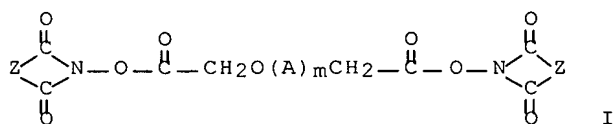
CODEN: JKXXAF

DT Patent

LA Japanese

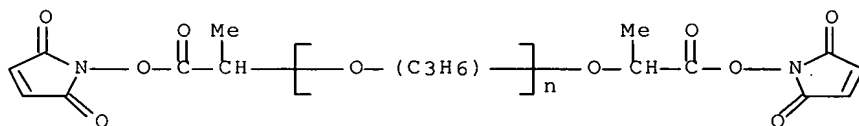
FAN.CNT 1

	PATENT NO.	KIND	DATE	APPLICATION NO.	DATE
PI	JP 01088129	A2	19890403	JP 1987-245369	19870929
PRAI	JP 1987-245369		19870929		
GI					



AB The sensing materials are prep'd. by coating the surface of a synthetic fiber sheet support with the gelatin-N-hydroxyimide ester comp'd. Reaction products and a color-indicating agent. The N-hydroxyimide ester comp'd. has a general formula (I), in which A is an oxyethylene, oxypropylene, or oxybutylene group, and Z is a phenylene, ethylene, cyclohexadienylene, propenylene, and allylidene or their derivs., and m is an integer of 1-3000. The color-indicating agent contains rosolic acid, bromothymol blue, bromocresol purple, bromocresol green, and chlorophenol red in aq. soln.

CN Poly[oxy(methyl-1,2-ethanediyl)], .alpha.-[2-[(2,5-dihydro-2,5-dioxo-1H-pyrrol-1-yl)oxy]-1-methyl-2-oxoethyl]-.omega.-[2-[(2,5-dihydro-2,5-dioxo-1H-pyrrol-1-yl)oxy]-1-methyl-2-oxoethoxy]- (9CI) (CA INDEX NAME)



⑫ 公開特許公報(A)

昭64-88129

⑬ Int. Cl.⁴

識別記号

庁内整理番号

⑭ 公開 昭和64年(1989)4月3日

G 01 M 3/04
G 01 N 31/22

1 2 2

6960-2G
8506-2G

審査請求 未請求 発明の数 1 (全12頁)

⑮ 発明の名称 漏洩検査用シート状検知材

⑯ 特 願 昭62-245369

⑰ 出 願 昭62(1987)9月29日

⑱ 発 明 者 岡 本 甲 子 男 東京都世田谷区上用賀2-5-1-403
 ⑱ 発 明 者 土 井 浩 兵庫県宝塚市宝松苑13-9
 ⑱ 発 明 者 中 島 克 和 大阪府箕面市大字粟生間谷1352番34-502号
 ⑱ 発 明 者 木 村 剛 兵庫県尼崎市浜2丁目11番17-603号
 ⑲ 出 願 人 日本油脂株式会社 東京都千代田区有楽町1丁目10番1号
 ⑳ 代 理 人 弁理士 柳 原 成

明 細 書

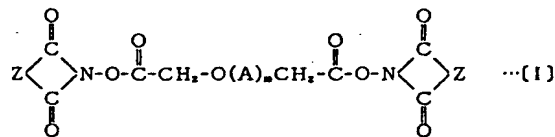
1. 発明の名称

漏洩検査用シート状検知材

2. 特許請求の範囲

(1) ゼラチンとN-ヒドロキシイミドエステル化合物とを反応させて得られる付加生成物を基材とし、これに呈色試薬を配合した粘着性呈色層およびシート状支持体からなる漏洩検査用シート状検知材。

(2) N-ヒドロキシイミドエステル化合物が下記的一般式(I)

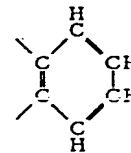


(ただし式中、

Aはオキシエチレン基、オキシプロピレン基、およびオキシブチレン基から選ばれる1~3種の基、

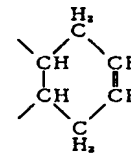
Zは

(1) 式(II)



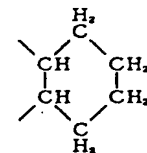
およびその部分置換体、

(2) 式(III)



およびその部分置換体、

(3) 式(IV)

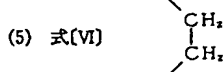


およびその部分置換体、

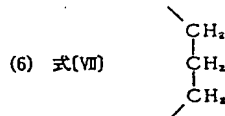
(4) 式(V)



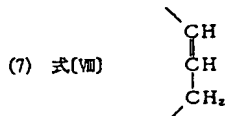
およびその部分置換体、



およびその部分置換体、



およびその部分置換体、ならびに



およびその部分置換体から選ばれる基、

m は 1 ~ 3000、

を示す。))

で示される化合物である特許請求の範囲第1項記載の漏洩検査用シート状検知材、

(3) 呈色試薬を含むゼラチンとN-ヒドロキシミドエステル化合物とを反応させて得られる付加

を含有する漏洩検知剤とアクリル系粘着剤との混合物を塗着した検知テープを用いる漏洩検査方法であり、第二はポリエステル不織布にpH試示薬を含有する漏洩検知剤を含浸させ、乾燥後にアクリル系粘着剤を塗着させる検知テープを用いる漏洩検査方法である。

〔発明が解決しようとする問題点〕

従来の漏洩検査方法は簡便な方法であるが、次のような問題点がある。

(1) のpH指示薬を含んだ漏洩検知剤による方法では、検査後に漏洩被検体の表面から漏洩検知剤層を完全に除去する作業に多くの手間ひまを要する。なぜならば後工程の防食塗装を支障なく行うためには、漏洩被検体の表面から漏洩検知剤層を完全に除去することが必要であるからである。

(2) の方法のうち、合成樹脂製の検知テープによる方法では、漏洩箇所を検知テープを強固に密着させると、検査テープが欠陥部からのガスまたは液体の噴出を妨げて検知できない場合がある。また不織布製の検知テープによる方法では、塗着

生成物をシート状支持体の上に塗布、延展した特許請求の範囲第1項または第2項記載の漏洩検査用シート状検知材。

3. 発明の詳細な説明

〔産業上の利用分野〕

本発明はパイプ、容器あるいはそれらに使用する機器等の漏洩箇所を検出するための検知テープ等のシート状検知材に関する。

〔従来の技術〕

従来、気密状態で使用するパイプ、容器、機器等（以下、漏洩被検体という）の漏洩箇所を検出する方法としては、下記(1)、(2)が一般に行われている。

(1) 酸性またはアルカリ性で変色するpH指示薬を含有する漏洩検知剤を漏洩被検体の表面に塗布し、漏洩被検体の内部にpH試示薬を変色させるガスまたは液体を封入し、その漏洩によりpH試示薬を変色させて欠陥部を検出する方法。

(2) 特開昭61-97547号公報にはつぎの方法が示されている。第一は合成樹脂フィルムにpH試示薬

された粘着剤が多いときは、粘着剤層がpH指示薬と検出用のガスまたは液体との接触を不十分にしやすい、粘着剤が少ないときは、すみ肉溶接金属への検知テープの付着が不十分のため不付着部ができやすく、いずれの場合も欠陥の検出精度が低下する危険性がある。

本発明の目的は、上記問題点を解決するため、漏洩被検体との粘着性がよく欠陥部を確実にシールして、しかも欠陥部の検知を正確に行うことができる漏洩検査用シート状検知材を提供することにある。

〔問題点を解決するための手段〕

本発明者らは、上記問題点を解決するため種々検討した結果、湿潤状態で非常に強い粘着性を持つゼラチンとN-ヒドロキシミドエステル化合物の付加生成物に呈色試薬を配合する事により上記欠点を有しない漏洩検査用水系検知テープを見だし本発明を完成した。

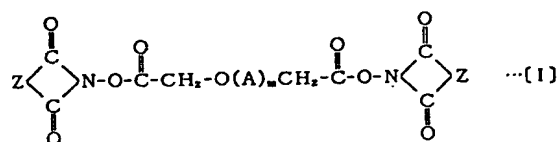
すなわち本発明は、ゼラチンとN-ヒドロキシミドエステル化合物とを反応させて得られる付加

生成物を基材とし、これに呈色試薬を配合した粘着性呈色層およびシート状支持体からなる漏洩検査用シート状検知材である。

ゼラチンとN-ヒドロキシイミドエステル化合物を反応させて得られる付加生成物は、水系の粘着性基材であり、これに呈色試薬を配合した粘着性呈色層は水系の呈色反応により漏洩の検知を可能にする。

本発明において使用するゼラチンは特に制限はなく、任意の起源のものが使用可能である。

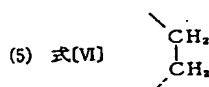
本発明で使用するN-ヒドロキシイミドエステル化合物は架橋剤として用いられるもので、下記の一般式〔I〕で示される化合物がある。



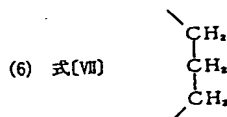
(ただし式中、

Aはオキシエチレン基、オキシプロピレン基、およびオキシブチレン基から選ばれる1～3種の

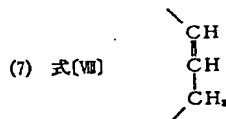
およびその部分置換体、



およびその部分置換体、



およびその部分置換体、ならびに



およびその部分置換体から選ばれる基、

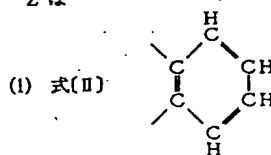
mは1～3000、

を示す。)

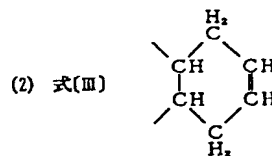
一般式〔I〕において、Aはオキシエチレン基、オキシプロピレン基、オキシブチレン基、これらの重合体単位、および2～3種の共重合体単位から選ばれる基であり、mはその平均付加モル数を

基、

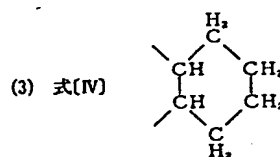
Zは



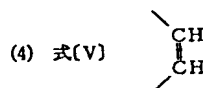
およびその部分置換体、



およびその部分置換体、



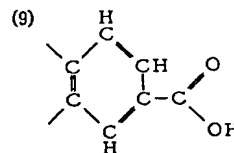
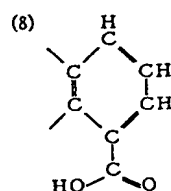
およびその部分置換体、



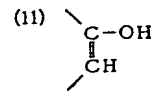
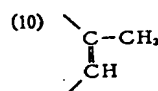
示す。

Zは前記式〔II〕～〔VIII〕の構造の外、その部分置換体として、例えば

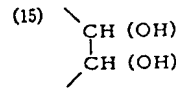
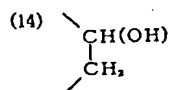
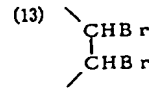
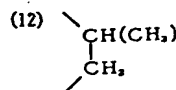
式〔II〕の場合、



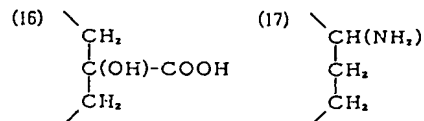
式〔V〕の場合、



式〔VI〕の場合、

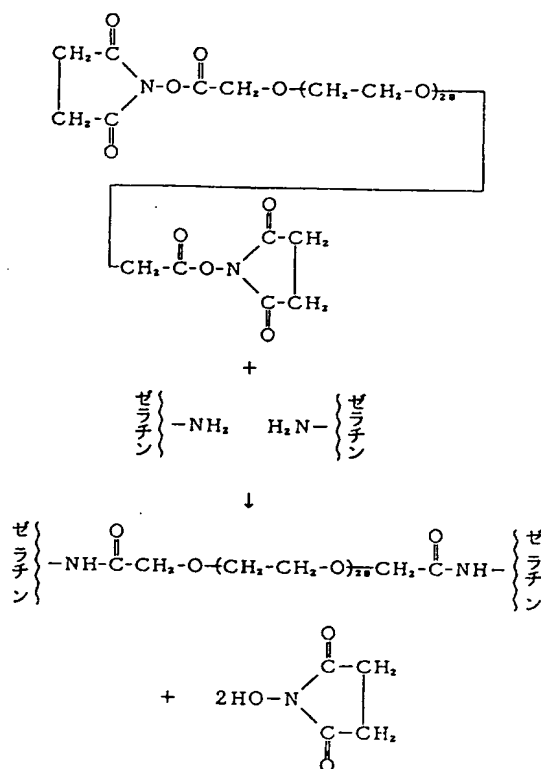


式(VII)の場合、



などである酸イミドの構造を示すものである。

以上の各構成からなる一般式(I)の化合物は、アミノ基と特異的に反応し、イミドオキシ基を遊離してアミノ基と付加生成物を作るので、下記例に示す如く、ゼラチンのアミノ基に対して架橋剤として働き、常温、水溶液中で架橋反応を行い、ゼラチンを高分子化して良好なゲルを形成する。



上記の反応において、Aがオキシエチレン基の

場合には、オキシプロピレン基、オキシブチレン基の場合より架橋剤の親水性は大きく、オキシエチレン基とオキシプロピレン基、もしくはオキシエチレン基とオキシブチレン基、さらにオキシエチレン基、オキシプロピレン基、オキシブチレン基3者の共重合体の場合、親水性はそれぞれの成分の比率によって変えられるので、これによってゲルの親水性の度合を調整することができる。

mは1~3000の範囲を取り得るが、mが小さいほど一般式(I)の化合物の単位重量当りの架橋密度は高くなるため、ゲルは剛直なゲルが得られやすく、かつ一般式(I)の化合物の親水性は小さくなる。mが3000を越えると、一般式(I)の化合物中のイミドエステル部分が小さくなり過ぎ、架橋剤としての作用が著しく小さくなって実用に適さない。

また酸イミドとしては、Zの部分構造が一般式(II)およびその部分置換体であるフタルイミド、一般式(V)およびその部分置換体であるマレイミド、ならびに一般式(VI)およびその部分置換体で

あるスクシンイミドが工業的に製造し易く、かつ安価であるので望ましい。

本発明で使用する呈色試薬としては、漏洩被検体の欠陥部から噴出するガスまたは液体によって呈色するものであれば広範囲に適用可能である。漏洩被検体に注入するガスまたは液体が酸性またはアルカリ性を示す場合には、例えばピクリン酸、o-クレゾールレッド、チモールブルー、m-クレゾールパープル、ペンタメトキシレッド、トロペオリン00、2,6-ジニトロフェノール、2,4-ジニトロフェノール、メチルイエロー、プロモフェノールブルー、テトラプロモフェノールブルー、メチルオレンジ、p-エトキシクリソジン、α-ナフチルレッド、アリザリンスルホン酸ナトリウム、プロモクレゾールグリーン、2,5-ジニトロフェノール、メチルレッド、p-ニトロフェノール、アゾリトミン、プロモクレゾールパープル、プロモフェノールレッド、クロロフェノールレッド、プロモチモールブルー、フェノールレッド、m-ニトロフェノール、ニュートラルレッド、ロゾール酸、ク

レゾールレッド、 α -ナフトールフタレイン、トロペオリン000、 β -クレゾールパープル、チモールブルー、フェノールフタレイン、 α -ナフトールベンゼイン、チモールフタレイン、サリチルイエロー、アリザリンイエロー、ナイルブルー、ジアソバイオレット、トロペオリン0、ニトラミン、ポアリエーブルー、トリニトロ安息香酸などのpH指示薬などが用いられる。

アンモニアガスを封入した場合には、アミノ基に鋭敏に反応し呈色するニンヒドリン、キンヒドリンなどのアミノ基呈色試薬を用いることもできる。また漏洩被検体に塩素ガスまたは塩素水を注入する場合には例えばオルトトリジンなどが用いられる。

本発明においては、上記の必須成分以外に必要なに応じて、ゲル化遅延剤、親水性溶媒、顔料、添加剤、pH調整剤などを使用することができる。

ゲル化遅延剤としては、加温溶解したゼラチン水溶液が温度の低下と共に次第にゲルに変化する速度を遅延し、かつゲル化温度を低下させる効果

を有する化合物で、水溶液として安定なものであり、例えば塩化カリウム、塩化ナトリウム、塩化カルシウム、塩化マグネシウム、塩化マグネシウム・アンモニウム、塩化アンモニウム、塩化亜鉛、塩化亜鉛・アンモニウム、塩化マンガン、塩化バリウム、塩化ニッケル、塩化リチウム、塩化コバルト、塩化アルミニウム、塩化アンチモン、塩化スズ(II)、塩化スズ(IV)、塩化チタン(II)、塩化チタン(IV)、塩化鉄(II)、塩化鉄(III)、塩化銅(II)などの塩素を含む無機化合物、臭化カリウム、臭化ナトリウム、臭化カルシウム、臭化マグネシウム、臭化アンモニウム、臭化亜鉛、臭化マンガン、臭化バリウム、臭化ニッケル、臭化リチウム、臭化アルミニウム、臭化スズ(II)、臭化鉄(II)、臭化鉄(III)、臭化銅(II)などの臭素を含む無機化合物、硝酸カリウム、硝酸ナトリウム、硝酸カルシウム、硝酸アンモニウム、硝酸亜鉛、硝酸バリウム、硝酸ニッケル、硝酸アルミニウム、硝酸コバルト、硝酸マグネシウム、硝酸マンガン、硝酸リチウム、硝酸鉄(II)、硝酸鉄(III)、硝酸銀、硝

酸銅などの硝酸基を含む無機化合物、チオシアン酸カリウム、チオシアン酸ナトリウム、チオシアン酸カルシウム、チオシアン酸アンモニウム、チオシアン酸バリウム、チオシアン酸鉄(III)などのチオシアン酸基を含む無機化合物もしくはレゾルシン、ヒドロキノン、ピロカテキン、ピロガロール、フルフラール、尿素、エタノール、メタノール変性エタノール、イソプロパノール、クロロブタノール、エリスリトールなどの非電解質などが挙げられる。

親水性溶媒は、呈色試薬の溶解、粘着性呈色層の保水性の向上、シート状検知材への粘着性付与などの効果を有する親水性の溶媒で、例えばメチルアルコール、エチルアルコール、正プロピルアルコール、イソプロピルアルコール、正ブチルアルコール、イソブチルアルコール、第2ブチルアルコール、第3ブチルアルコール、正アミルアルコール、イソアミルアルコール、活性アミルアルコール、第2アミルアルコール、ジエチルカルビノール、第3アミルアルコール、フーゼル油、ペ

ンタゾール、正ヘキシルアルコール、メチルアミルアルコール、エチルブチルアルコール、ヘプチルアルコール、メチルアミルカルビノール、3-ヘプタノール、ジメチルペンタノール、正オクチルアルコール、第2オクチルアルコール、エチルヘキシルアルコール、イソオクチルアルコール、エチレングリコール、ジエチレングリコール、トリエチレングリコール、テトラエチレングリコール、プロピレングリコール、ジプロピレングリコール、ブチレングリコール-1,4、ブチレングリコール-2、3、2-メチル-2,4-ペンタンジオール、2-エチル-1,3-ヘキサジオール、グリセリン、ベンジルアルコール、メチルフェニルカルビノール、シクロヘキサノール、メチルシクロヘキサノール、トリメチルシクロヘキサノール、フルフリルアルコール、テトラヒドロフルフリルアルコールなどのアルコール；メチルエーテル、エチルエーテル、イソプロピルエーテル、エチルブチルエーテル、ブチルエーテル、エチレングリコールモノメチルエーテル、エチレングリコールモノエチルエーテル、エ

チレングリコールジエチルエーテル、エチレングリコールモノブチルエーテル、エチレングリコールジブチルエーテル、エチレングリコールモノフェニルエーテル、エチレングリコールモノベンジルエーテル、エチレングリコールモノエチルヘキシルエーテル、ジエチレングリコールモノメチルエーテル、ジエチレングリコールモノエチルエーテル、ジエチレングリコールジエチルエーテル、ジエチレングリコールモノブチルエーテル、ジエチレングリコールジブチルエーテル、プロピレングリコールモノメチルエーテル、プロピレングリコールモノエチルエーテル、プロピレングリコールモノブチルエーテル、ジプロピレングリコールモノメチルエーテル、ジプロピレングリコールモノエチルエーテル、トリプロピレングリコールモノメチルエーテル、テトラエチレングリコールジメチルエーテル、テトラエチレングリコールジブチルエーテル、メチラール、アセタール、エチレンオキシド、プロピレンオキシド、ジオキサン、ジメチルジオキサン、トリオキサン、ジオキソラ

顔料は呈色試薬の変色の識別度を高め、粘着性呈色液の粘性特性の調整と、粘着性呈色層の構造物性を強化するものであり、例えば二酸化チタン、亜鉛華、カオリン、タルク、ベントナイト、エアロジル、炭酸カルシウム、硫酸バリウム、マイカ、リトボン、および一般に塗料に用いられる白色顔料ならびに体質顔料などが使用できる。

さらにまた、本発明において必要に応じて使用される添加剤としては、たとえばカチオン、アニオン、ノニオン系の界面活性剤、イミダゾール誘導体、アミノ酸誘導体、ハロゲン誘導体などの防菌防霉剤；ポリビニルアルコール、アラビアゴム、ポリアクリル酸、ポリブテン、エステルガム、カルボキシメチルセルロースなどの物性改質剤；水酸化ナトリウム、重炭酸ナトリウム、塩化水素、酢酸、炭酸などのpH調整剤などがある。

本発明において使用するシート状支持体としては、ポリエチレン、ポリプロピレン、ポリエステル、ポリ塩化ビニルなどの軟質プラスチックシート、紙、合成樹脂含浸紙、綿、ポリエステル、ナ

ン、メチルジオキソラン、テトラヒドロフラン、テトラヒドロピラン、テルピニルメチルエーテル、テルピニルエチレングリコールエーテルなどのエーテル；ポリエチレングリコールおよびポリプロピレングリコールなどのポリエーテル；アセトン、メチルエチルケトン、ジアセトンアルコールなどのケトン；酢酸エチル、酢酸ブチル、エチレングリコールモノエチルエーテルアセテート、プロピオン酸エチル、安息香酸メチルなどのエステル；その他クロトンアルデヒド、アルドール、ジメチルホルムアルデヒド、ジメチルスルホキシド、N-メチルピロリドンなどの親水性溶剤；ネオペンチルグリコール、ソルビトール、ペンタエリスリトール、トリメチロールプロパンなどの多価アルコール；デキストリンなどの天然多糖類などが用いられる。

親水性溶媒は、前記の効果を有するものであれば上記例示のものに限定されず、他のものも使用でき、またこれらは単独で、または2種以上の混合物として使用できる。

イロンなどの繊維によるシート、不織布など広範囲に適用可能であり、できるだけ透明に近いものが、欠陥部指示の変色を確認するのに有利である。シート状支持体の形状としては、シート、フィルム、テープなど、シート状の形状のものであればよいが、特にテープ状のものが好ましい。

本発明の漏洩検査用シート状検知材は、概略以下の方法で製造される。まずゼラチンを温水中に溶解し、これに呈色試薬、必要に応じてゲル化遅延剤、親水性溶媒の一部、顔料、添加剤等を混合し主剤を得る。そして別途合成したN-ヒドロキシイミドエステル化合物を、主剤とは別の容器にとり、そのまま、または必要に応じて親水性溶媒の一部と混合して硬化剤とする。つぎに主剤と硬化剤とを混合して粘着性呈色液とし、これをシート状支持体の表面に所定の厚さに塗布する。また別法として、主剤を調製した容器中に硬化剤成分を加えて粘着性呈色液とし、直ちにシート状支持体の表面に塗布することもできる。

シート状支持体に塗布された粘着性呈色液は、

低温または加温状態で架橋反応してゲル化し、シート状支持体に付着した状態で粘着性呈色層を形成する。こうして漏洩検査用シート状検知材が製造される。シート状支持体としてテープ状のものを使用したときは、これを巻きとって漏洩検査用検知テープを得る。

本発明に使用するゼラチンは、60～80℃の温水溶液では流動性があるが、室温に冷却されるとゲルとなる。しかしこの水溶液にゲル化遅延剤を適量混合しておく、室温に冷却しても流動性を維持させることができる。

上記のゼラチン水溶液にN-ヒドロキシイミドエステル化合物を加えると、架橋反応して粘着性のあるゲルを形成する。この架橋反応は、ゲル化遅延剤がない場合はゼラチン水溶液をpH 2～6、液温30℃以上の流動液としておき、これにN-ヒドロキシイミドエステル化合物を加えることによって進められる。ゲル化遅延剤の存在下ではゼラチン水溶液は室温で流動性があり、これにN-ヒドロキシイミドエステル化合物を加えることによって進

められる。系は酸性よりも弱アルカリ性(pH: 8以下)の方が反応は速い。

ゼラチンの配合量は、粘着性呈色液中に1～83重量%、好ましくは3～30重量%である。1重量%未満ではゲルが形成されず、83重量%を越えると流動性のある粘着性呈色液になりにくい。

架橋剤としてのN-ヒドロキシイミドエステルの配合量は、粘着性呈色液中0.01～20重量%、好ましくは0.1～10重量%である。20重量%を越えて使用してもそれ以上の効果はなく、むしろ経済的に好ましくない。呈色試薬の配合量は粘着性呈色液中0.0001～10重量%である。

本発明の漏洩検査用シート状検知材を実際に使用するとき要求される品質としては、まず①巻きとられた検知テープのように、積層されたシート状検知材において、互いに接し合うシート状支持体の裏面と粘着性呈色層とは容易に剥離するものであることが必要である。そのためシート状支持体の裏面にシリコン塗布などの撥水性処理や、不織布などの場合には薄いプラスチックシート等

の剥離シートをコーティングするなどの処理を行うことができる。

また②漏洩検査後、漏洩被検体から検知テープなどのシート状検知材を剥したときに粘着性呈色層が漏洩被検体上に残留しないように、シート状支持体表面に粘着性呈色層が十分強固に接着されていることが必要である。そのためには、シート状支持体表面にあらかじめコロナ放電処理、親水性処理、接着剤の塗布処理などを施すことができる。

本発明の漏洩検査用シート状検知材による漏洩検査方法は以下のようにして行われる。すなわち漏洩被検体の検査用のガスまたは液体を封入し、漏洩検査箇所シート状検知材を貼付すると、30分以内に漏洩箇所の粘着性呈色層は、検査用のガスまたは液体によって呈色試薬が変色するため、これを肉眼にて確認できる。

〔発明の効果〕

本発明の漏洩検査用シート状検知材は、ゼラチンとN-ヒドロキシイミドエステル化合物との付加

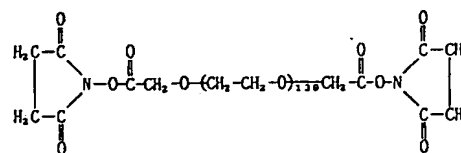
生成物を基材としたため、粘着性呈色層が肉厚で、柔軟性と強い粘着性を有しており、このため凹凸の激しい漏洩被検体の溶接部などにもテープの浮きなどがなくよく密着する。その上、粘着性呈色層が高い親水性を有しており、噴出する水溶性のガスや液体が噴出を抑制されることなく、よく吸収拡散されるため、微細な欠陥部に対しても高い検出精度を有している。

〔実施例〕

以下、実施例および比較例によって本発明を具体的に説明する。各例中、%は重量%である。

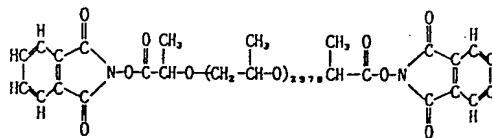
製造例1

付加モル数140モルのポリエチレングリコールの両末端をクロム酸で酸化してジカルボン酸とし、これに2モルのN-ヒドロキシスクシンイミドを反応させて架橋剤1を調製した。



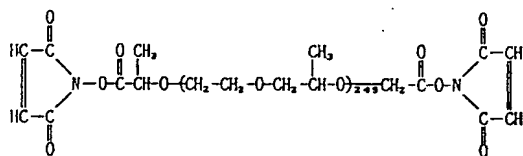
製造例 2

付加モル数2980のポリプロピレングリコールの両末端を金属ナトリウム、モノクロロ酢酸ソーダで酸化してジカルボン酸とし、これに2モルのN-ヒドロキシフタルイミドを反応させて架橋剤2を調製した。



製造例 3

250モルのエチレンオキシドと250モルのプロピレンオキシドを付加重合させて得たポリオキシアリレンの両末端をクロム酸で酸化してジカルボン酸とし、これに2モルのN-ヒドロキシマレイミドを反応させて架橋剤3を調製した。



状の粘着性呈色層を得た後巻き取り、巻き取り後ゼラチンと架橋剤の反応を完了させて検知テープを得た。

実施例 7

第1表の配合に基づき、実施例1と同じ方法で主剤を得たのち、主剤に架橋剤を混合して粘着性呈色液とし、直ちに処理したシート状支持体の表面に実施例1と同じ方法で塗布した。さらに15℃にてゲル状の粘着性呈色層を得たのち巻きとり、巻きとり後架橋反応を完了させて検知テープを得た。

実施例 1～6

第1表に基づき、ゼラチンに水を加えて室温で膨潤させたのち、60～70℃に加温して攪拌、溶解させてゼラチン温水溶液を得た。

つぎにゲル化遅延剤、親水性溶媒、呈色試薬溶液、顔料および添加剤を順次加えて攪拌均一にした。さらにpH調整剤(37%塩酸水溶液または4%水酸化ナトリウム水溶液)を適宜加えてpHを第2表に示した値に調整して主剤を得た。

主剤とは別に架橋剤を秤り取り、ついで親水性溶媒を加えて攪拌、溶解させて硬化剤を得た。

主剤と硬化剤とを混合して粘着性呈色液とし、第1表に示した方法で処理したテープ状のシート状支持体の表面に、ドクターブレードを用いて均一な厚さになるように塗布した。

次に実施例3、4および6については、60℃で40分間加温して、ゼラチンと架橋剤の反応を促進し、ゲル化した粘着性呈色層を形成させた後に巻き取って検知テープを得た。

実施例1、2および5においては15℃にてゲル

第 1 表

	主 剤	ゼ ラ チ ン	ゼ ラ チ ン	実 施 例							比 較 例	
				1	2	3	4	5	6	7	1	2
				10	14	20	25	6	27	16	15	10
粘 着 性 呈 色 液		水	水	31.6	44.5	41.2	36.8	47.4	24	77	51.5	49.5
		ゲル化遅延剤	塩化カルシウム 尿 素 硝 酸 カ ル シ ウ ム	0	3	10	0	0	0	0	5	18
		親水性溶媒	エチレングリコールモノブチルエーテル イソプロピルアルコール グ リ セ リ ン ポリエチレングリコール 200	10	25	5	5 1	2 15	5	0 0	2 10	5 10
		呈色試薬溶液 *1	ロ ソ ー ル 酸 10% 溶液 プロモチモールブルー 1% 溶液 プロモクレゾールパープル 1% 溶液 プロモクレゾールグリーン 1% 溶液 クロロフェノールレッド 1% 水溶液		7	1	2		2.5 2.5		15	7
		顔 料 *2	酸化チタンペースト カオリンペースト タルクペースト	0.4 0	0.5	0.3 0.5	1.0 0.1	0.1 2.0		0 0 0	0.5 1.0	
		添 加 剤	P V A 溶 液 *3 C M C 溶 液 *4 カチオン PB300 *5 サンアイゾール 100 *6	10 10			3 1 0.1	10				0.5
	硬化剤	架 橋 剤	架 橋 剤 1 " 2 " 3		2	6		0.5	2 7	4		
		親水性溶媒	メ タ ノ ー ル エ タ ノ ー ル ジメチルホルムアミド	4	2	6	5	1	5	0 0 0		
		合 計		100	100	100	100	100	100	100	100	100
	シート状 支持体	(シート) (表面処理など) ポリエチレンシート アクリル系接着剤 ポリエチレンシート+ポリオレフィン系不織布ラミネート 塩化ビニルシート ゴム系接着剤		○	○	○	○	○	○	○	○	○

第 1 表 (注)

*1: 呈色試薬溶液の組成

ロゾール酸溶液: 試薬10%、メタノール45%、
水45%

プロモチモールブルー、プロモクレゾールパー
プルおよびプロモクレゾールグリーン各溶
液: 試薬1%、メタノール49%、水50%

クロロフェノールレッド溶液: 試薬1%、水
99%

*2: 顔料の組成

いずれも顔料20部とグリセリン80部とをホモ
ミキサーで8000rpm、15分間均一に分散する

*3: ポリビニルアルコール重合度1500 [和光純薬
工業(株)製]の10%水溶液*4: カルボキシメチルセルロース試薬 [片山化学
工業(株)製]の5%水溶液

*5: 日本油脂(株)製カチオン界面活性剤の商品名

*6: 三愛石油(株)製チアベンダゾールの商品名

比較例 1

第 1 表の配合に基づき、実施例 1 と同じ方法に
て主剤を得た。比較例 1 においては硬化剤は使用
しなかった。つぎに処理したシート状支持体の表
面に、実施例 1 と同じ方法で主剤を15℃にて塗布
してゲル状の粘着層を得たのち、巻きとって検知
テープを得た。

比較例 2

第 1 表の配合に基づき、実施例 1 と同じ方法に
て主剤を得た。比較例 2 においては硬化剤は使用
しなかった。比較例 2 の主剤を、実施例 1 と同じ
方法でシート状支持体の表面に塗布したが、0℃
に冷却してもゲル状の粘着層を形成せず、検知テ
ープは得られなかった。従ってその後の試験は行
わなかった。

比較例 3

下記配合の漏洩検知剤をポリエステル不織布テ
ープに含浸させ、乾燥後にアクリル系粘着剤を塗
着した検知テープを得た。

ブロムフェノールブルー

2.5重量%

エチレングリコール	30.0
エタノール	45.0
水	22.5

テープ1m²当りのブロムフェノールブルーの量は、1.5gであった。

比較例4

下記配合成分を全量混合して漏洩検知剤を調製した。

ブロムフェノールブルー	1 重量%
エタノール	70
酸性白土	29

試験例

以上の実施例1～11および比較例1、3で得た各検知テープについて、以下の試験を行った。比較例4の検知剤については漏洩被検体にはけ塗りして試験を行った。

結果を第2表に示す。

試験方法

<検知力テスト>

漏洩被検体としてステンレス製の気密容器(18

cm×18cm×27cm)の溶接線上にキャピラリー口径20ミクロンの漏洩部を作り、

この容器中に空気と混合したアンモニアガス(アンモニア5%容量濃度)を封入し、0.15気圧加圧してテストを行った。

検知力テストの評価基準

○：ピンホール部の呈色が目視ではっきり判断できるもの。

△：ピンホール部の呈色が目視でぼんやりと感じられるもの。

×：ピンホール部の呈色が目視で認められないもの。

<貼付性>

第1図ないし第3図に示すように、幅60mmの2枚のステンレス波板1、2(厚さ2mm、長さ400mm)を互いに30mm横にずらせて重ね合わせ、縁に沿って溶接し、すみ肉溶接金属を形成した。そして平面および曲面でのそれぞれすみ肉溶接金属3に沿って検知テープを貼り付け、テープの浮き、溶接箇所への付着程度などを目視により観察した。

評価基準は次のとおりである。

○：被検体の形状に沿って全面に密着しており、浮きや剥れなどの不付着部がない。

△：被検体からの浮きや剥れなどにより、不付着部が面積で1/5以下である。

×：被検体からの浮きやはがれなどにより、不付着部が面積で1/5以上である。

<呈色剤の除去性>

貼付性試験で用いた、ステンレス波板をからぶき処理した後、実施例1～7および比較例1、3のテープを貼り、30℃で3時間放置後引き剥がした。テープが貼られていた位置に呈色剤(呈色層および粘着剤)が残存しているかどうかを、目視および綿による拭き取りにより判断した。

比較例4については、ハケ塗りして乾燥後綿により拭き取り、目視により残存性を判断した。

呈色剤の除去性の評価基準

○：呈色剤の残存が認められないもの。

△：呈色剤が1/5以下の面積で残存しているもの。

×：呈色剤が1/5以上の面積で残存しているもの。

xx：テープとしての除去が出来ないもの。

第 2 表

		実 施 例							比 較 例			
No		1	2	3	4	5	6	7	1	2	3	4
主 剤 の pH		3.8	5.4	6.0	7.0	3.8	5.0	4.0	3.8	5.7	/	/
粘着性呈色層の厚み(μm)		300	500	600	450	400	350	550	700	テ	200	—
検知力テスト		○	○	○	○	○	○	○	○	成	○	○
貼 付 性	平面部	○	○	○	○	○	○	○	○	形	○	○
	曲面部	○	○	○	○	○	○	○	○	不	△	○
呈色剤の除去性		○	○	○	○	○	○	○	×	可	△	××

第2表の結果から明らかなように、本発明の漏洩検査用シート状検知材である実施例1～7の検知テープは、いずれの試験においても優れた結果を示しているが、比較例1の検知テープは粘着層が試験後の漏洩被検体の表面に付着して残留しやすい欠点があった。この欠点はより高温になるほど著しい。比較例3の検知テープは漏洩被検体表面の曲面部での付着が不十分であり、また粘着層が試験後の漏洩被検体の表面に付着して残留しやすいなどの欠点があった。また比較例4の漏洩検知剤は試験後、漏洩被検体の表面から完全に除去するのが困難であった。

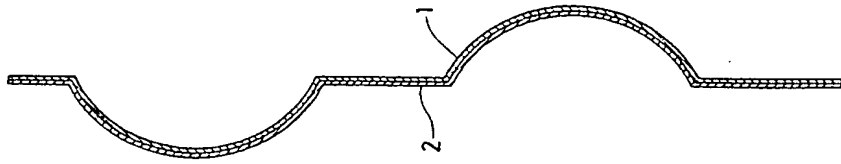
4. 図面の簡単な説明

第1図は試験例における貼付性試験に使用した溶接された2枚のステンレス板の平面図、第2図はそのA-A断面図、第3図はB-B断面図である。

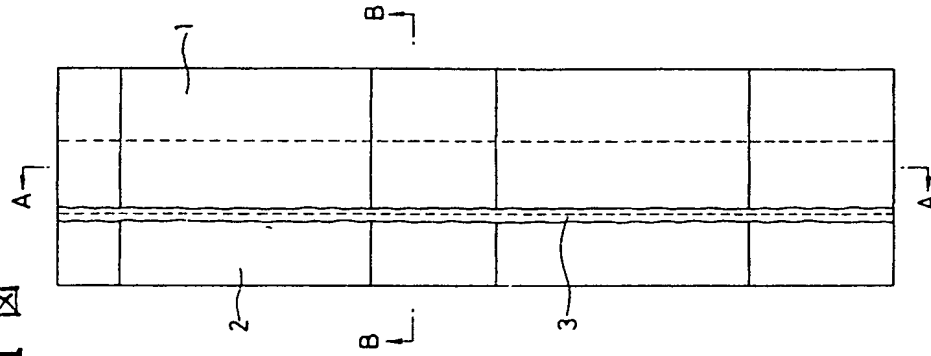
1、2：ステンレス波板、3：すみ肉溶接金属。

代理人 弁理士 柳 原 成

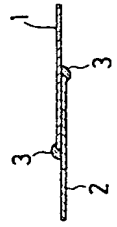
第2図



第1図



第3図



1,2: ステンレス波板
3: サみ肉溶接金属